

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP2006/302326

International filing date: 10 February 2006 (10.02.2006)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2005-039086
Filing date: 16 February 2005 (16.02.2005)

Date of receipt at the International Bureau: 10 February 2006 (10.02.2006)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

13. 2. 2006

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 5 年 2 月 1 6 日

出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 5 - 0 3 9 0 8 6

パリ条約による外国への出願
に用いる優先権の主張の基礎
となる出願の国コードと出願
番号

The country code and number
of your priority application,
to be used for filing abroad
under the Paris Convention, is

J P 2 0 0 5 - 0 3 9 0 8 6

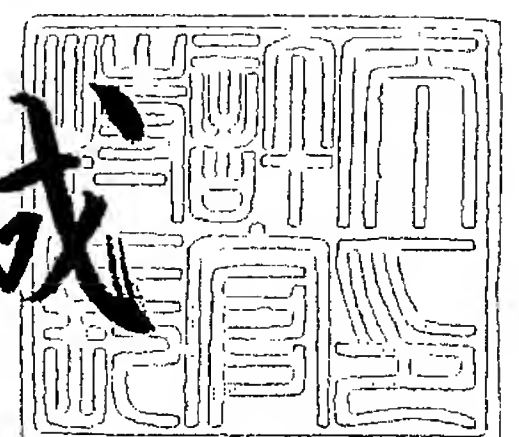
出 願 人
Applicant(s): 日産化学工業株式会社

2 0 0 5 年 1 1 月 1 1 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

中 嶋

誠



【書類名】 特許願
【整理番号】 4832000
【提出日】 平成17年 2月16日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 C08J 3/09
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県船橋市坪井町 7 2 2 番地 1 日産化学工業株式会社 物質
 科学研究所内
 【氏名】 伊左治 忠之
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市北袖 1 1 番 1 日産化学工業株式会社 機能材料
 研究所内
 【氏名】 藤本 修
【特許出願人】
 【識別番号】 000003986
 【氏名又は名称】 日産化学工業株式会社
 【代表者】 藤本 修一郎
 【電話番号】 03-3296-8365
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 005212
 【納付金額】 16,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

固有導電性高分子の水性コロイド分散液を脱イオン処理し、その後、前記分散液の水を有機溶媒で溶媒置換することを含む固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法。

【請求項 2】

固有導電性高分子がポリアニリン又はポリチオフェンである請求項 1 に記載の固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法。

【請求項 3】

脱イオン処理の方法がイオン交換法である請求項 1 に記載の固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法。

【請求項 4】

脱イオン処理の方法が限外ろ過後にイオン交換する手法である請求項 1 に記載の固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法。

【請求項 5】

固形分濃度が 0. 0 5 ～ 1 0. 0 質量%の範囲で溶媒置換を行うことを特徴とする請求項 1 に記載の固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

ポリアニリンやポリチオフェン、ポリピロールなど芳香族系の導電性高分子はその優れた安定性と導電率から、その活用が期待されている。これらの導電性高分子はどの溶媒にも不溶であり、成形性に劣るためその応用分野は限られてきた。

近年、導電性高分子を微粒子として水や芳香族溶媒をはじめとする有機溶媒に分散させることにより、成形性を向上させることが可能であることが報告された。（例えば、特許文献1及び2参照。）しかし、これらのうち固有導電性高分子の有機溶媒分散液は溶媒組成が非常に複雑であったり、また水性コロイド分散液若しくは水と親水性溶媒の混合物を使用している。このため、コーティング剤等として使用する際には、コーティング剤の溶媒組成が複雑になる等の問題点があり、未だ導電性高分子の応用分野は限られている。

溶媒置換法により他溶媒に置換することにより、上述の問題点を解決する方法が報告されているが、溶媒置換中に強撹拌が必要である等製造方法が非常に煩雑なものであった。（例えば、特許文献3参照。）

このような従来の技術における問題点を解決し、導電性高分子の応用分野を更に広げることが可能な固有導電性高分子の有機溶媒分散液の容易な製造方法が望まれている。

【0 0 0 3】

【特許文献1】 特開平7-90060号公報

【特許文献2】 特表平2-500918号公報

【特許文献3】 特表2004-532292号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 4】

本発明は、このような事情に鑑みてなされたものであり、電極材料や帯電防止剤、紫外線吸収剤、熱線吸収剤、電磁波吸収材、センサー、電解コンデンサーの電解質、二次電池の電極など種々の用途に用いられる固有導電性高分子の有機溶媒分散液の容易な製造方法の提供を課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 5】

本発明者らは、上記課題を解決するため、鋭意研究を行った結果、固有導電性高分子の水性コロイド分散液を脱イオン処理後溶媒置換することにより、固有導電性高分子を有機溶媒へ分散させることが可能であることを見出した。

即ち、本発明は、以下の（1）～（5）の製造方法に関する。

【0 0 0 6】

（1） 固有導電性高分子の水性コロイド分散液を脱イオン処理し、その後、前記分散液の水を有機溶媒で溶媒置換することを含む固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法。

（2） 固有導電性高分子がポリアニリン又はポリチオフェンである（1）に記載の固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法。

（3） 脱イオン処理の方法がイオン交換法である（1）に記載の固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法。

（4） 脱イオン処理の方法が限外ろ過後にイオン交換する手法である（1）に記載の固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法。

（5） 固形分濃度が0.05～10.0質量%の範囲で溶媒置換を行うことを特徴とす

る（１）に記載の固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法。

【発明の効果】

【0007】

本願発明の製造方法により、容易に固有導電性高分子の有機溶媒分散液を製造することが可能である。

本願発明により製造された固有導電性高分子の有機溶媒分散液は、コーティング剤等として使用される場合に、コーティング剤等の組成を簡便にすることが可能であり、固有導電性高分子の持つ特徴すなわち導電性及び／又は熱線吸収能（赤外線吸収能）を利用した電極材料や帯電防止剤、紫外線吸収剤、熱線吸収剤、電磁波吸収材、センサー、電解コンデンサーの電解質、二次電池の電極など導電性高分子の応用分野を更に広げることが可能である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

本願発明は、固有導電性高分子の水性コロイド分散液を脱イオン処理し、その後、前記分散液の水を有機溶媒で溶媒置換することを含む固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法である。

ここで本願発明で用いられる固有導電性高分子としては、アニリン、ピロール、チオフェン、アセチレン、またはこれらの誘導体のポリマーなど公知のものをを用いることができ、これらを単独もしくは混合して用いることができる。

これらの導電性高分子のうち、特開平 7 - 9 0 0 6 0 号公報や特表平 2 - 5 0 0 9 1 8 号公報に記載されたような公知の手法により製造された固有導電性高分子の水性コロイド分散液を容易に入手することが可能であるポリ（3，4 - エチレン）ジオキシチオフェンやポリアニリンを用いることが好ましい。特に、非常に小さな分散粒子径を有する分散液が入手できることからポリアニリンを用いることがより好ましい。

【0009】

ここで、固有導電性高分子について説明する。導電性高分子という語は（ポリ）共役 π - 電子系（例えば、二重結合、芳香環、またはヘテロ芳香環、三重結合）をもつ有機高分子を言う。その例としては、ポリアセチレン、ポリピロール、ポリアニリン、ポリチエフェン、ポリヘテロアリレンビニレン（この場合ヘテロアリレン基は、例えばチオフェン、フラン、ピロール等である。）等やこれらの誘導体（側鎖または置換基が置換したモノマーから合成される。）、これらの共重合体およびこれらの物理的混合物が挙げられる。これらの高分子は、種々の状態で存在し、それぞれは一般に（電気）化学反応で互に可逆的に変換しうる化学式で記載される。この（電気）化学的反應には、酸化、還元、酸／アルカリ反応、錯体形成反応等がある。これらの反応は文献では「ドーピング」または「補償」として公知である。これはバッテリー中の電気化学過程と類似していて帯電および放電とみなされうる。この場合ある状態では良好な導電率をもっており、この高分子は固有導電性高分子とすることができる。固有導電性高分子のこれらの形は通常ポリラジカルカチオニック塩またはポリラジカルアニオニック塩と認められている。

【0010】

これらの固有導電性高分子の水性コロイド分散液中には、製造時に使用される塩類（過硫酸アンモニウムなど）の分解生成物（アンモニウムイオンや硫酸イオンなど）や余剰ドーパント（各種スルホン酸など）などフリーな状態で存在するイオンが多量に含まれている。また、分散液中の固有導電性高分子粒子にはドーパントが強く結合しており、このドーパント部分にアンモニウムイオンなどのカチオンが強く吸着して存在している。固有導電性高分子を有機溶媒に分散させる際には、これらのフリーイオン及び余剰ドーパントが悪影響を及ぼし、安定な分散液を得ることができないため、除去することが必要となる。

これらのフリーイオン及び余剰ドーパント、固有導電性高分子に強く吸着しているカチオンの除去（脱イオン処理）の方法としては、イオン交換法による方法と限外ろ過後にイ

オン交換する方法が挙げられる。

【0011】

本願発明においてイオン交換法を使用して脱イオン処理する場合には固有導電性高分子の水性コロイド分散液と陽イオン交換樹脂及び／または陰イオン交換樹脂とを接触させることによりイオン交換することができる。その温度は、0～100℃で行うことができるが、イオン交換樹脂の耐熱性や作業性を考慮して5～50℃で行われることが好ましい。陽イオン交換樹脂としては水素型強酸性陽イオン交換樹脂が好ましく、市販の工業製品として容易に入手される。その例としては商品名アンバーライト I R - 1 2 0 B が挙げられる。陰イオン交換樹脂としては水酸基型強塩基性陰イオン交換樹脂が好ましく、市販の工業製品として容易に入手される。その例としては商品名アンバーライト I R A - 4 1 0 が挙げられる。

固有導電性高分子の水性コロイド分散液とイオン交換樹脂の接触は、イオン交換樹脂を充填したカラム中に固有導電性高分子の水性コロイド分散液を通液することにより好ましく行うことができ、固有導電性高分子の水性コロイド分散液のカラム中を通過する速度としては1時間当たりの空間速度1～10程度が好ましい。

固有導電性高分子の水性コロイド分散液と陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂との接触においては、どちらか一方との接触のみでも良いが、双方と接触させることにより、より効果的に脱イオン工程を行うことができる。陽イオン交換樹脂及び陰イオン交換樹脂の双方と接触させる場合において、接触させる順序は特に限定されないが、陰イオン交換によりpHが高くなると、固有導電性高分子の脱ドーパントが起こり、導電率が著しく劣化する可能性があるため、はじめに陽イオン交換樹脂と接触し、次いで陰イオン交換樹脂と接触させるのが好ましい。

イオン交換法を用いて脱イオン処理を行う際、固形分濃度は0.001～10.0質量%である固有導電性高分子の水性コロイド分散液を使用することができるが、操作性や生産効率の面から0.05～5.0質量%であることが好ましい。ここで、固有導電性高分子がポリアニリンの場合、固形分濃度が1.5質量%のときにpHが2以下、電導度が5 m S / c m 以下であることが好ましい。

本願発明においてイオン交換法を用いて脱イオン処理を行った固有導電性高分子の水性コロイド分散液は導電性を維持するために必要なドーパントまでもが除去される可能性があるため、脱イオン処理後にドーパントの補充が必要となる場合がある。

【0012】

前述のフリーイオン及び余剰ドーパントは限外ろ過法を用いることによって除去することが可能である。しかし、固有導電性高分子粒子に強く吸着されているカチオンは限外ろ過法で十分に除去することはできない。このため、限外ろ過法による脱イオン処理の後にイオン交換法を行うことが必要である。ここでは、陽イオン交換樹脂を用いて、固有導電性高分子に強く吸着しているカチオンを除去することが好ましい。

本願発明において限外ろ過法を用いて脱イオン処理を行う場合には限外ろ過膜や限外ろ過チューブを使用し、膜やチューブの性質を損なわない温度で行われるが、通常0～80℃が好ましく、十分に脱イオンを行うために連続若しくは断続的に注水しながら行う必要がある。使用する限外ろ過膜や限外ろ過チューブの分画分子量については特に限定されないが、分画分子量が小さい場合には工程に要する時間が著しく長くなり、分画分子量が大きい場合には原料として使用する導電性高分子が流出する可能性があるため、分画分子量が10,000～200,000のものを使用することが好ましい。

限外ろ過の際には、固形分濃度が0.001～10.0質量%である固有導電性高分子の水性コロイド分散液を使用することができるが、操作性や生産効率の面から0.05～5.0質量%であることが好ましい。ろ過時間については特に限定されないが、通常1～50時間で行われる。ここで、固有導電性高分子がポリアニリンの場合、固形分濃度が3質量%のときにpHが3以下、電導度が6 m S / c m 以下であることが好ましく、ポリ-3,4-エチレンジオキシチオフエンの場合、固形分濃度が1.3質量%のときにpHが3以下、電導度が5 m S / c m 以下であることが好ましい。

限外ろ過法を用いて脱イオン処理を行った固有導電性高分子の水性コロイド分散液は、陽イオン交換樹脂を用いることによって効率的に固有導電性高分子に強く吸着しているカチオンを除去することができる。これは、前述の陽イオン交換樹脂を用いた場合と同様の方法で実施できる。

この陽イオン交換を行う際の固有導電性高分子の水性コロイド分散液のpHは、限外ろ過法のみを用いた場合に比べてpH値は小さくなるが、固有導電性高分子がポリアニリンの場合、固形分濃度が3質量%のときに2以下であることが好ましく、ポリ-3, 4-エチレンジオキシチオフェンの場合、固形分濃度が1質量%のときに2.5以下であることが好ましい。

【0013】

本願発明において脱イオン処理を行った固有導電性高分子の水性コロイド分散液を、有機溶媒を添加しながら水を除去する方法により、減圧下または常圧下で有機溶媒に置換することにより導電性高分子の有機溶媒分散液を得ることができる。

本願発明において有機溶媒としては特に制限されないが、親水性有機溶媒であることが好ましい。親水性有機溶媒としてはメチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール、ブタノール、ヘキサノール、オクタノールなどのアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトンなどのケトン類、ホルムアミド、ジメチルホルムアミドなどのアミド類、ジエチルエーテルなどのエーテル類などが挙げられる。これらのうちアルコール類やケトン類が好ましく、メチルアルコールやエチルアルコール、プロピルアルコールなどの炭素数1～3のアルコールが更に好ましい。これらの親水性有機溶媒は単独で使用しても良く、2種類以上混合して使用しても良い。溶媒置換時の温度は使用する親水性有機溶媒の沸点により異なるが、置換時の導電性高分子の安定性を考慮して減圧下で行える限り低温で行うことが好ましい。溶媒置換時の固形分濃度については、操作性や生産性効率の面から0.05～10.0質量%程度であることが好ましく、親水性有機溶媒を添加する速度は固形分濃度がこの範囲内になるように制御することが好ましい。

【0014】

本願発明の固有導電性高分子の有機溶媒分散液は導電性及び熱線吸収能（赤外線吸収能）を有するために電極材料や帯電防止剤、紫外線吸収剤、熱線吸収剤、電磁波吸収材、センサー、電解コンデンサーの電解質、二次電池の電極など種々の用途に用いられる。

【実施例】

【0015】

以下に本願発明を実施例により説明するが、本願発明は実施例に制約されるものではない。

【0016】

実施例 1

ポリアニリンの水性コロイド分散液D1012W-1（ORMECON社製、固形分濃度3.9質量%、pH=2.7、電導度15.6mS/cm）2.00kgを水131kgを使用して、限外ろ過法により脱イオン処理を行い、脱イオンされたポリアニリンの水性コロイド分散液1.29kgを得た。得られた脱イオンされたポリアニリンの水性コロイド分散液のpHは1.8、電導度は8.4mS/cm、固形分濃度は4.93質量%であった。また、この脱イオンされたポリアニリンの水性コロイド分散液の固形分濃度を3.1質量%に調製した際のpHは2.2、電導度は5.0mS/cmであった。この脱イオンされたポリアニリンの水性コロイド分散液314gを水素型強酸性カチオン交換樹脂（オルガノ製IR-120B）300mLを充填したカラムに通液し、カチオン交換ポリアニリン水性コロイド分散液575gを得た。得られたカチオン交換ポリアニリン水性コロイド分散液のpHは1.6、電導度は8.3mS/cm、固形分濃度は2.7質量%であった。

得られたカチオン交換水性コロイド分散液86gをエバポレーター（容器内圧力60 Torr、外部ヒーター温度75℃）を使用してエタノール1.2Lを徐々に添加しながら

水を除去する方法で水媒体をエタノールに置換し、ポリアニリンのエタノール分散液 74 g を得た。得られたエタノール分散液の固形分濃度は 3.2 質量%、粘度 3.3 mPa・s、米国マイクロトラック社製マイクロトラック UPA 250 による粒子径 214 nm であった。このエタノール分散液をアプリーケーター（ウェット膜厚 0.001 inch）によりガラス板上に製膜し、110℃にて10分間乾燥させた際の表面抵抗値は $3.5 \times 10^5 \Omega/\square$ であった。

【0017】

実施例 2

実施例 1 において得られたカチオン交換ポリアニリン水性コロイド分散液 85 g をエバポレーター（容器内圧力 60 Torr、外部ヒーター温度 75℃）を使用して 2-プロパノール 1.1 L を徐々に添加しながら水を除去する方法で水媒体を 2-プロパノールに置換し、ポリアニリンの 2-プロパノール分散液 73 g を得た。得られた 2-プロパノール分散液の固形分濃度は 3.2 質量%、粘度 11.3 mPa・s、米国マイクロトラック社製マイクロトラック UPA 250 による粒子径 419 nm であった。この 2-プロパノール分散液をアプリーケーター（ウェット膜厚 0.001 inch）によりガラス板上に製膜し、110℃にて10分間乾燥させた際の表面抵抗値は $4.5 \times 10^5 \Omega/\square$ であった。

【0018】

実施例 3

実施例 1 において得られたカチオン交換ポリアニリン水性コロイド分散液 86 g をエバポレーター（容器内圧力 60 Torr、外部ヒーター温度 75℃）を使用して 1-プロパノール 1.0 L を徐々に添加しながら水を除去する方法で水媒体を 1-プロパノールに置換し、ポリアニリンの 1-プロパノール分散液 70 g を得た。得られた 1-プロパノール分散液の固形分濃度は 3.1 質量%、粘度 5.8 mPa・s、米国マイクロトラック社製マイクロトラック UPA 250 による粒子径 215 nm であった。この 1-プロパノール分散液をアプリーケーター（ウェット膜厚 0.001 inch）によりガラス板上に製膜し、110℃にて10分間乾燥させた際の表面抵抗値は $1.7 \times 10^5 \Omega/\square$ であった。

【0019】

実施例 4

ポリアニリンの水性コロイド分散液 D1012W-1（ORMECON 社製、固形分濃度 3.9 質量%、pH=2.7、電導度 1.5 mS/cm）300 g を水素型強酸性カチオン交換樹脂（オルガノ（株）製 IR-120B）300 mL を充填したカラムに通液し、カチオン交換ポリアニリン水性コロイド分散液 427 g を得た。得られたカチオン交換ポリアニリン水性コロイド分散液の pH は 1.3、電導度は 20.7 mS/cm、固形分濃度は 2.5 質量% であった。得られたカチオン交換水性コロイド分散液 100 g をエバポレーター（容器内圧力 60 Torr、外部ヒーター温度 75℃）を使用して 1-プロパノール 1.3 L を徐々に添加しながら水を除去する方法で水媒体を 1-プロパノールに置換し、ポリアニリンの 1-プロパノール分散液 70 g を得た。得られた 1-プロパノール分散液の固形分濃度は 3.3 質量%、粘度 12 mPa・s、米国マイクロトラック社製マイクロトラック UPA 250 による粒子径 434 nm であった。このエタノール分散液をアプリーケーター（ウェット膜厚 0.001 inch）によりガラス板上に製膜し、110℃にて10分間乾燥させた際の表面抵抗値は $1.7 \times 10^5 \Omega/\square$ であった。

【0020】

実施例 5

実施例 4 において得られたカチオン交換ポリアニリン水性コロイド分散液 292 g を水酸基型強塩基性アニオン交換樹脂（オルガノ（株）製 IRA-410）300 mL を充填したカラムに通液し、カチオン-アニオン交換ポリアニリン水性コロイド分散液 464 g を得た。得られたカチオン交換ポリアニリン水性コロイド分散液の pH は 1.8、電導度は 4.7 mS/cm であった。得られたカチオン-アニオン交換水性コロイド分散液 150 g をエバポレーター（容器内圧力 60 Torr、外部ヒーター温度 75℃）を使用して 1-プロパノール 0.8 L を徐々に添加しながら水を除去する方法で水媒体を 1-プロパ

ノールに置換し、ポリアニリンの1-プロパノール分散液70 gを得た。得られた1-プロパノール分散液の固形分濃度は3.3質量%、粘度12 mPa・s、米国マイクロトラック社製マイクロトラックUPA 250による粒子径388 nmであった。このエタノール分散液をアプリーケーター（ウェット膜厚0.001 inch）によりガラス板上に製膜し、110℃にて10分間乾燥させた際の表面抵抗値は $1.5 \times 10^5 \Omega/\square$ であった。

【0021】

実施例 6

ポリ-3,4-エチレンジオキシチオフェン（PEDOT）の水性コロイド分散液Baytron-P（Bayer社製、固形分濃度1.3質量%、pH=1.7、電導度7.1 mS/cm）500 gを水13.1 kgを使用して、限外ろ過法により脱イオン処理を行い、脱イオンされたPEDOTの水性コロイド分散液500 gを得た。得られた脱イオンされたPEDOTの水性コロイド分散液のpHは1.9、電導度は4.5 mS/cm、固形分濃度は1.3質量%であった。この水性コロイド分散液250 gを水素型強酸性カチオン交換樹脂（オルガノ製IR-120B）300 mLを充填したカラムに通液し、カチオン交換PEDOT水性コロイド分散液493 gを得た。得られたカチオン交換PEDOT水性コロイド分散液のpHは2.2、電導度は2.1 mS/cmであった。

得られたカチオン交換水性コロイド分散液150 gをエバポレーター（容器内圧力60 Torr、外部ヒーター温度75℃）を使用してエタノール2.0 Lを徐々に添加しながら水を除去する方法で水媒体をエタノールに置換し、PEDOTのエタノール分散液73 gを得た。得られたエタノール分散液の固形分濃度は1.3質量%、粘度12 mPa・s、米国マイクロトラック社製マイクロトラックUPA 250による粒子径410 nmであった。このエタノール分散液をアプリーケーター（ウェット膜厚0.001 inch）によりガラス板上に製膜し、110℃にて10分間乾燥させた際の表面抵抗値は $5.1 \times 10^3 \Omega/\square$ であった。

【0022】

実施例 7

実施例 6 において得られたカチオン交換PEDOT水性コロイド分散液150 gをエバポレーター（容器内圧力60 Torr、外部ヒーター温度75℃）を使用して1-プロパノール1.0 Lを徐々に添加しながら水を除去する方法で水媒体を1-プロパノールに置換し、ポリアニリンの1-プロパノール分散液75 gを得た。得られた1-プロパノール分散液の固形分濃度は1.2質量%、粘度640 mPa・s、米国マイクロトラック社製マイクロトラックUPA 250による粒子径439 nmであった。この1-プロパノール分散液をアプリーケーター（ウェット膜厚0.001 inch）によりガラス板上に製膜し、110℃にて10分間乾燥させた際の表面抵抗値は $4.1 \times 10^3 \Omega/\square$ であった。

【0023】

比較例 1

ポリアニリンの水性コロイド分散液D1012W-1（ORMECON社製、固形分濃度3.9質量%、pH=2.7、電導度15.6 mS/cm）100 gをエバポレーター（容器内圧力60 Torr、外部ヒーター温度75℃）を使用して、1-プロパノールを徐々に添加しながら水を除去する方法で水媒体を1-プロパノールに置換することを試みた。しかし、溶媒置換途中に多量の凝集物の発生と二層分離が観察され、均一な1-プロパノール分散液を得ることはできなかった。

【0024】

比較例 2

ポリアニリンの水性コロイド分散液D1012W-1（ORMECON社製、固形分濃度3.9質量%、pH=2.7、電導度15.6 mS/cm）2.00 kgを水13.1 kgを使用して、限外ろ過法（分画分子量100,000）により脱イオン処理を行い、脱イオンされたポリアニリンの水性コロイド分散液1.86 kgを得た。得られた脱イオンされたポリアニリンの水性コロイド分散液のpHは2.0、電導度は6.2 mS/cm、固形分濃度は3.51質量%であった。また、この脱イオンされたポリアニリンの水性コロイド

分散液の固形分濃度を 3. 1 重量%に調製した際の pH は 2. 2、電導度は 5. 0 mS / cm であった。この水分散液 1 0 4 g をエバポレーター（容器内圧力 6 0 T o r r、外部ヒーター温度 7 5 °C）を使用して、1-プロパノール 1. 0 L を徐々に添加しながら水を除去する方法で水媒体を 1-プロパノールに置換し、ポリアニリンの 1-プロパノール分散液 1 1 9 g を得た。得られた 1-プロパノール分散液の固形分濃度は 3. 2 質量%、粘度 3 3 m P a · s、米国マイクロトラック社製マイクロトラック U P A 2 5 0 による粒子径 8 4 1 n m であった。このエタノール分散液をアプリケーター（ウェット膜厚 0. 0 0 1 i n c h）によりガラス板上に製膜し、1 1 0 °C にて 1 0 分間乾燥させた際の表面抵抗値は $3. 5 \times 10^5 \Omega / \square$ であった。このように脱イオン処理に限外ろ過法のみを使用した際には実施例 3 や実施例 5 により得られた 1-プロパノール分散液に比べて、粒子径が大きく、ガラス板状に製膜した際の表面抵抗値も大きなものになってしまう。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明は、電極材料や帯電防止剤、紫外線吸収剤、熱線吸収剤、電磁波吸収材、センサー、電解コンデンサーの電解質、二次電池の電極など種々の用途に用いられる固有導電性高分子の有機溶媒分散液の容易な製造方法の提供を課題とする。

【解決手段】 固有導電性高分子の水性コロイド分散液を脱イオン処理し、その後、前記分散液の水を有機溶媒で溶媒置換することを含む固有導電性高分子の有機溶媒分散液の製造方法。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 5 - 0 3 9 0 8 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 3 9 8 6]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 2 9 日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区神田錦町 3 丁目 7 番地 1
氏 名	日産化学工業株式会社